

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-197506  
 (43)Date of publication of application : 31.07.1998

(51)Int.Cl. G01N 30/44  
 G01N 30/80

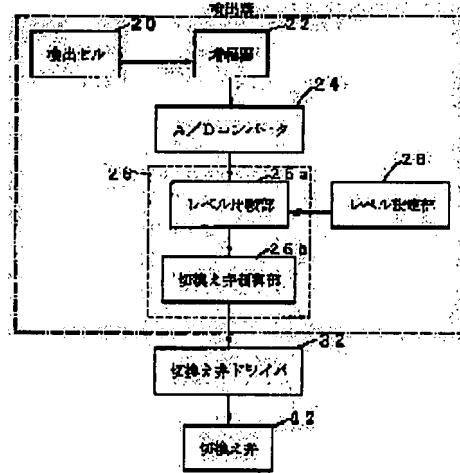
(21)Application number : 08-358710 (71)Applicant : SHIMADZU CORP  
 (22)Date of filing : 27.12.1996 (72)Inventor : MARUYAMA SHUZO

## (54) LIQUID CHROMATOGRAPH

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a liquid chromatograph at a low cost and with a suppressed occupation space having an equal function to a solvent recycler and fraction collector without equipment of such facilities separately.

**SOLUTION:** A selector valve 12 is installed in a flow path for a flowout liquid having passed a separation column and a sensor. To control the operation of the valve 12, the sensor is equipped with a sensing cell 20 to sense the elusion component in the flowout liquid from the column, a level setting part 28 to set the threshold for peak sensing, a level comparing part 26a to compare the sensed signal level of the cell 20 with the set threshold level, and a valve control part 26b to control the operation of the valve 12 on the basis of the result from comparison. These functions are achieved by a microprocessor incorporated in the sensor.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]	07.03.2003
[Date of sending the examiner's decision of rejection]	15.11.2005
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]	
[Date of final disposal for application]	
[Patent number]	
[Date of registration]	
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	2005-023824
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	09.12.2005
[Date of extinction of right]	

特開平10-197506

(43)公開日 平成10年(1998)7月31日

(51) Int. Cl. \*

G01N 30/44

30/80

識別記号

F I

G01N 30/44

30/80

F

審査請求 未請求 請求項の数 1 FD (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平8-358710

(22)出願日 平成8年(1996)12月27日

(71)出願人 000001993

株式会社島津製作所

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

(72)発明者 丸山 秀三

京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

株式会社島津製作所三条工場内

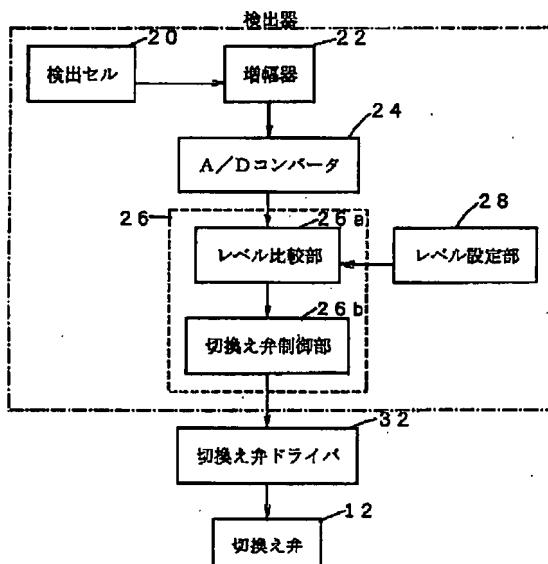
(74)代理人 弁理士 野口 繁雄

## (54)【発明の名称】液体クロマトグラフ

## (57)【要約】

【課題】 溶媒リサイクラーやフラクションコレクターを別途設けることなくそれらと同様の機能を低コストと省スペースを図りながら実現する。

【解決手段】 分離カラムを通り検出器10を経た流出液の流路に切換え弁12を設ける。その切換え弁12の切換え動作を制御するために、検出器10はカラム流出液中の溶出成分を検出する検出セル20と、ピーク検出のためのしきい値レベルを設定するレベル設定部28と、検出セル20の検出信号レベルをレベル設定部28に設定されたしきい値レベルと比較するレベル比較部26aと、レベル比較部26aでの比較結果に基づいて切換え弁12の切換え動作を制御する切換え弁制御部26bとを備えている。これらの機能は検出器10がそなえているマイクロプロセッサにより実現される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 分離カラムを通り検出器を経た流出液の流路に切換え弁を設けるとともに、

前記検出器は、カラム流出液中の溶出成分を検出する検出セルと、ピーク検出のためのしきい値レベルを設定するレベル設定部と、前記検出セルの検出信号レベルを前記レベル設定部に設定されたしきい値レベルと比較するレベル比較部と、レベル比較部での比較結果に基づいて前記切換え弁の切換えを制御する切換え弁制御部とを備えていることを特徴とする液体クロマトグラフ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は高速液体クロマトグラフなど、種々の化学物質を分離分析する液体クロマトグラフに関し、特に検出器を経た流出液の流路を切換え弁によりピーク成分と他の成分とに切り換えるようにした液体クロマトグラフに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 高速液体クロマトグラフでは、溶媒の使用コスト低減のために、カラムから検出器を経た流出液のうち、試料成分を含んでいない溶媒部分のみを移動相ボトルに戻すことによって、溶媒をリサイクルすることが行なわれている。溶媒をリサイクルする高速液体クロマトグラフは、リサイクルのための専用の溶媒リサイクラーと呼ばれる装置を備えている。

【0003】 分離された試料成分を分取する分取クロマトグラフと呼ばれる液体クロマトグラフもある。分取クロマトグラフではフラクションコレクターと呼ばれる装置を用いて検出器が検出したピーク成分を分取している。分取は必ずしも全ての成分を分取するとは限らず、精製のように特定の一成分のみを分取する場合もある。しかし、一成分のみの分取であっても専用のフラクションコレクターが使用されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 溶媒のリサイクルのための溶媒リサイクラーや分取のためのフラクションコレクターは、それぞれが高価であり、またそれらの装置を設置するための場所も確保する必要がある。最近の液体クロマトグラフは、検出器内に検出セルが検出した信号を処理するためにマイクロプロセッサを備えているのが一般的である。そこで、本発明は検出器の下流の流路に切換え弁を設け、検出器のマイクロプロセッサを利用してその切換え弁の切換え動作を制御することによって、溶媒リサイクラーやフラクションコレクターを別途設けることなくそれらと同様の機能を低コストと省スペースを図りながら実現することを目的とするものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 図1に本発明を概略的に示す。分離カラムを通り検出器10を経た流出液の流路に切換え弁12を設ける。そして、その切換え弁12の

10 切換え動作を制御するために、検出器10はカラム流出液中の溶出成分を検出する検出セル20と、ピーク検出のためのしきい値レベルを設定するレベル設定部28と、検出セル20の検出信号レベルをレベル設定部28に設定されたしきい値レベルと比較するレベル比較部26aと、レベル比較部26aでの比較結果に基づいて切換え弁12の切換え動作を制御する切換え弁制御部26bとを備えている。32は切換え弁12を駆動する切換え弁ドライバである。

【0006】 検出器自体に切換え弁12の制御機能を持たせている。検出器内のマイクロコンピューターにより実現されるレベル比較部26aにより検出信号レベルがレベル設定部28に設定されたしきい値レベルと比較され、検出レベルが設定レベルを超えたか否かによって切換え弁12を切り換える。

【0007】 溶媒リサイクラーに代わる機能を実現するためには、検出レベルが設定レベル以下の場合は検出器を経た流出液を移動相ボトルに戻すリサイクル流路にし、検出レベルが設定レベルを超えていたいだは切換え弁をドレイン側にするとともに、切換え弁の制御を行なう。

【0008】 一方、本発明がフラクションコレクターに代わるものとして特定の一成分を分取する場合には、分析スタート信号と同期してスタート後の一定時間においては検出レベルが設定レベルを超えていたいだは切換え弁を分取側にし、検出レベルが設定レベル以下の間はドレイン側にするとともに、その一定時間以外は全てドレイン側に排出するように切換え弁の制御を行なう。

## 【0009】

【実施例】 図2(A)は溶媒リサイクル機能を実現する一実施例を表わしたものであり、(B)はその検出器と切換え弁の部分を表わしたものである。図2(A)において、移動相ボトル2からの移動相が送液ポンプ4により分離カラム6へ送られる。送液ポンプ4と分離カラム6の間の流路には試料を導入するインジェクタ8が設けられている。カラム6の出口には検出器10が設けられており、検出器10を経た流出液の流路には三方電磁弁12が設けられている。三方電磁弁12の1つの出口がドレインへつながり、他の出口がリサイクル流路14を経て移動相ボトル2へつながっている。三方電磁弁12は検出器10の出力信号により切換え動作が制御される。検出器10の検出信号はデータ処理装置16へ送られ、検出されたピークの同定や定量がおこなわれる。

【0010】 検出器10部分を主として示す図2(B)において、検出器10内には検出セル20、増幅器22、A/Dコンバータ24、マイクロプロセッサ26、レベル設定部28及びD/Aコンバータ30が設けられている。検出セル20は、例えば吸光度検出器の場合であればフォトダイオードである。

【0011】 増幅器22は検出セル20の検出信号を増

幅するためのものであり、A/Dコンバータ24は増幅器22の出力信号をデジタル信号に変換し、その変換されたデジタル信号がマイクロプロセッサ26を取り込まれる。レベル設定部28は、マイクロプロセッサ26で三方電磁弁12の切換え動作を制御するためのしきい値レベルを設定するものであり、マイクロプロセッサ26にしきい値レベルが送られる。マイクロプロセッサ26で適当な信号処理を施された信号は、D/Aコンバータ30を通じてアナログ信号に変換されてデータ処理装置16へ送られるほか、デジタル値のままでもデータ処理装置16へ送られる。

【0012】マイクロプロセッサ26からの電磁弁制御信号に基づいて電磁弁ドライバー32が電磁弁12の切換え動作を駆動する。図1におけるレベル比較部26aと切換え弁制御部26bはマイクロプロセッサ26により実現される。

【0013】図2の実施例の動作を図3と図4により説明する。マイクロプロセッサにより実現されるレベル比較部26aはA/Dコンバータ24から検出信号を取り込み、レベル設定部28から設定されたしきい値とその取り込んだ検出信号レベルとを比較し、検出信号レベルがしきい値レベルを超えた場合はピークと判定し、三方電磁弁12をドレイン側にし、流出液をドレインへ排出する。一方、検出信号レベルがしきい値レベルを超えない場合は、移動相のみが検出セルを通過していると判定され、三方電磁弁12はリサイクル側にされて、検出器の流出液は移動相ボトルに戻され、リサイクルされる。この動作は分析が終了するまで繰り返される。

【0014】図5は本発明を特定成分の分取機能を実現する他の実施例を表わしたものである。三方電磁弁12はドレイン側と分取管34側に切り換えるように検出器10により切換え動作が制御される。

【0015】この実施例の動作を図6により説明する。分析スタート時から設定された一定時間が経過すると、電磁弁制御のためのプログラムにおける検出信号の取込みが始まる。検出信号レベルが設定されたしきい値レベルを超えると弁が分取側にされ、超えていないと弁はドレイン側にされる。予定時間が経過すると、弁はドレイン側に固定される。

【0016】これは、分析スタートから一定時間後、予 40

定時間が経過するまでの間に検出された所望のピークのみを分取するためのものであり、特定成分の精製や濃縮などを目的としたものである。実施例では切換え弁として三方電磁弁を用いているが、ロータリーバルブなど、他の切換え弁を使用してもよい。また、切換え弁は検出器内蔵するようにしてもよく、実施例のように外付けにしてもよい。

#### 【0017】

【発明の効果】本発明では検出器の下流に切換え弁を追加するだけで、検出器が本来備えているマイクロプロセッサを利用して溶媒のリサイクルや特定成分の分取を行なうことができるようになり、専用の溶媒リサイクラーやフラクションコレクタを設ける必要がなくなるので、低コストで、しかも小型化に寄与する。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明における検出器部分を主として示すブロック図である。

【図2】(A)は一実施例を示す流路図、(B)は主としてその検出器部分を示すブロック図である。

【図3】一実施例の動作を示すフローチャート図である。

【図4】同実施例の動作を示す波形図である。

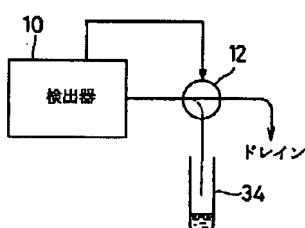
【図5】他の実施例の検出器と切換え弁部分を主として示す流路図である。

【図6】同実施例の動作を示すフローチャート図である。

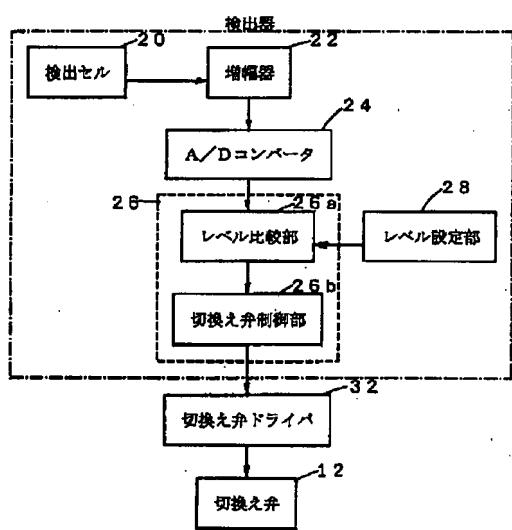
#### 【符号の説明】

2	移動相ボトル
4	送液ポンプ
30	6 分離カラム
8	インジェクタ
10	検出器
12	三方電磁弁
20	検出セル
26	マイクロプロセッサ
26a	レベル比較部
26b	切換え弁制御部
28	レベル設定部
32	電磁弁ドライバ

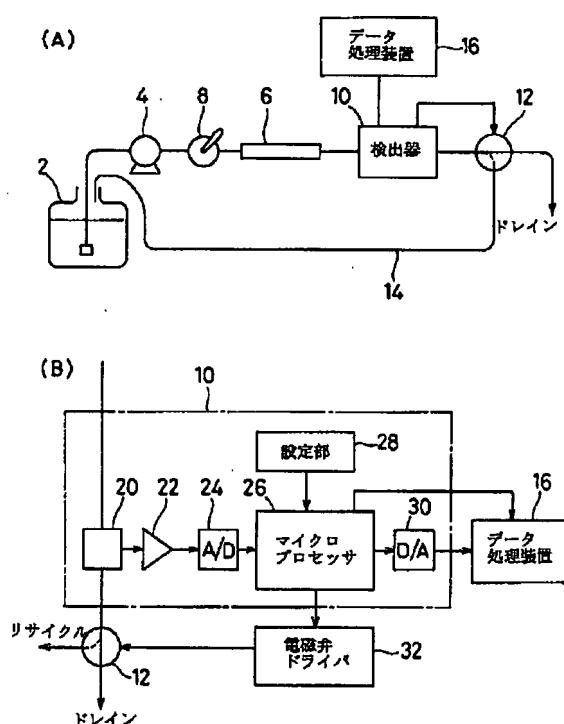
【図5】



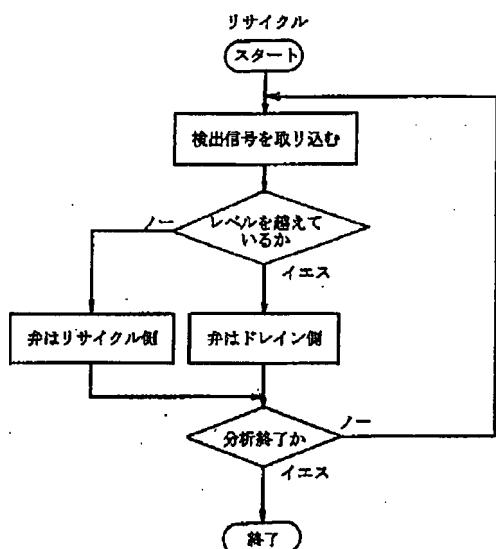
【図 1】



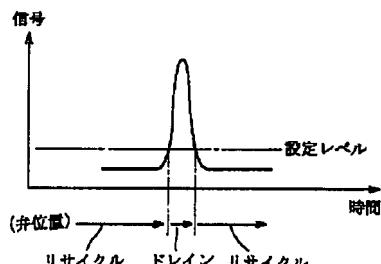
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図 6】

